

(12) DEMANDE INTERNATIONALE PUBLIÉE EN VERTU DU TRAITÉ DE COOPÉRATION  
EN MATIÈRE DE BREVETS (PCT)

(19) Organisation Mondiale de la Propriété  
Intellectuelle  
Bureau international



(43) Date de la publication internationale  
25 juillet 2002 (25.07.2002)

PCT

(10) Numéro de publication internationale  
**WO 02/056843 A2**

(51) Classification internationale des brevets<sup>7</sup> : A61K 7/00

(21) Numéro de la demande internationale :  
PCT/FR02/00130

(22) Date de dépôt international :  
14 janvier 2002 (14.01.2002)

(25) Langue de dépôt : français

(26) Langue de publication : français

(30) Données relatives à la priorité :  
01/00696 18 janvier 2001 (18.01.2001) FR

(71) Déposant (pour tous les États désignés sauf US) :  
L'OREAL [FR/FR]; 14, rue Royale, F-75008 Paris (FR).

(72) Inventeur; et

(75) Inventeur/Déposant (pour US seulement) : QUEMIN,  
Eric [FR/FR]; 20 bis, rue d'Artois, F-93290 Tremblay en  
France (FR).

(74) Mandataire : RASSON, Catherine; L'Oréal/D.P.I., 6, rue  
Bertrand Sincholle, F-92585 Clichy Cedex (FR).

(81) États désignés (national) : AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ,  
BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ,  
DE, DK, DM, DZ, EC, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,  
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,  
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,  
MZ, NO, NZ, OM, PH, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI,  
SK, SL, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN,  
YU, ZA, ZM, ZW.

(84) États désignés (régional) : brevet ARIPO (GH, GM, KE,  
LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), brevet  
eurasien (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), brevet  
européen (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR,  
IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), brevet OAPI (BF, BJ,  
CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN,  
TD, TG).

**Publiée :**

— sans rapport de recherche internationale, sera republiée  
dès réception de ce rapport

En ce qui concerne les codes à deux lettres et autres abrévia-  
tions, se référer aux "Notes explicatives relatives aux codes et  
abréviations" figurant au début de chaque numéro ordinaire de  
la Gazette du PCT.

(54) Title: TRANSLUCENT NANOEMULSION, PRODUCTION METHOD, AND USES THEREOF IN THE COSMETIC, DER-  
MATOLOGICAL AND/OR OPHTHALMOLOGICAL FIELDS

(54) Titre : NANOEMULSION TRANSLUCIDE, SON PROCEDE DE FABRICATION ET SES UTILISATIONS DANS LES  
DOMAINES COSMETIQUE, DERMATOLOGIQUE ET/OU OPHTAMOLOGIQUE

WO 02/056843 A2

(57) Abstract: A nanoemulsion comprising an oil phase dispersed in an aqueous phase having droplets of oil with an average size of less than 100 nanometres. The nanoemulsion is characterised by the fact that it contains a surfactant ternary system comprising: (a) a mixture of at least two non-ionic surfactants containing at least one ethoxylated fatty ester containing between 8 and 100 ethylene oxide units and at least one sorbitan fatty acid ester; and (b) at least one ionic surfactant selected from among alkaline cetyl phosphate salts and alkaline palmitoyl sarcosinate salts. The invention is used to produce cosmetic, dermatological and ophthalmological compositions.

(57) Abrégé : La nanoémulsion selon l'invention comporte une phase huileuse, dispersée dans une phase aqueuse ayant des globules d'huile dont la taille moyenne en nombre est inférieure à 100 nanomètres, caractérisée en ce qu'elle contient un système ternaire de tensioactifs comprenant: (a) un mélange d'au moins deux tensioactifs non ioniques comprenant au moins un ester gras éthoxylé comportant 8 à 100 unités d'oxyde d'éthylène et au moins un ester d'acide gras de sorbitane; et (b) au moins un tensioactif ionique choisi parmi les sels alcalins de cétylphosphate et les sels alcalins de palmitoyl sarcosinate. Application à la fabrication de compositions cosmétiques, dermatologiques et ophtalmologiques.

**Nanoémulsion translucide, son procédé de fabrication et ses utilisations dans les domaines cosmétique, dermatologique et/ou ophtalmologique**

- 5 La présente invention concerne une nanoémulsion translucide, stable, à base d'un système ternaire de tensioactifs, ne nécessitant ni l'emploi d'alcools inférieurs et/ou de polyols, qui limitent les applications sur peaux sensibles, ni d'agents gélifiants pour la stabilisation.
- 10 L'invention se rapporte également à un procédé de préparation de ladite nanoémulsion et à ses utilisations dans les domaines cosmétique, dermatologique et/ou ophtalmologique. Cette nanoémulsion est stable au stockage et peut contenir des quantités importantes d'huiles tout en conservant une bonne transparence et en ayant de bonnes propriétés
- 15 cosmétiques.

Les nanoémulsions sont des émulsions huile dans eau dont les globules d'huile ont une granulométrie très fine, c'est-à-dire une taille moyenne en nombre, inférieure à 100 nanomètres (nm). Elles sont généralement

20 fabriquées par fragmentation mécanique d'une phase huileuse dans une phase aqueuse en présence de tensioactifs. Dans le cas des nanoémulsions, la très petite taille des globules huileuses est obtenue notamment grâce à au moins un passage dans un homogénéiseur haute pression. La petite taille des globules leur confère des propriétés

25 intéressantes sur le plan cosmétique qui les distinguent des émulsions classiques : elles sont translucides, voire transparentes et présentent une texture originale. Elles peuvent également véhiculer des actifs de façon plus efficace.

On connaît dans l'état de la technique des nanoémulsions comprenant une phase lipidique amphiphile constituée de phospholipides, d'eau et d'huile. Ces émulsions présentent l'inconvénient d'être instables au stockage aux températures traditionnelles de conservation, à savoir entre  
5 0 et 45°C. Elles conduisent à des compositions jaunes et produisent des odeurs de rance qui se développent après quelques jours de conservation.

On connaît également des nanoémulsions stabilisées par un enrobage  
10 cristal liquide lamellaire obtenu par l'association d'un tensioactif hydrophile et d'un tensioactif lipophile. Toutefois, ces associations sont délicates à déterminer. De plus, les nanoémulsions obtenues présentent un toucher cireux et filmogène, peu agréable pour l'utilisateur.

15 La demande de brevet international WO 98/47464 décrit une lotion stable, ayant essentiellement la consistance de l'eau et qui convient pour une lotion pulvérisable. Cette lotion, une émulsion homogénéisée à haute pression ne nécessite pas d'agents épaississants ou stabilisants. L'émulsion est faite en deux temps. Dans un premier temps, on forme un  
20 prémix concentré dont les émulsionnants sont des éthoxylates d'alcool stéarylique. Le prémix concentré est alors homogénéisé à 1000 bars. L'émulsion concentrée obtenue est ensuite diluée à 50% dans de l'eau au moyen d'équipements classiques de mélange, afin d'obtenir une lotion. Cette technique présente l'inconvénient de comporter une étape  
25 de dilution.

Si l'on cherche à augmenter la proportion de la phase grasse dans une émulsion pour se rapprocher de la consistance d'un gel ou d'une crème, il n'existe pas, à l'heure actuelle, d'exemples de formulation à la fois  
30 translucides et consistantes qui ne font pas recours à des alcools

inférieurs (alcools en C<sub>1</sub>-C<sub>8</sub>) ou à des polyols (glycol et polyalkylène glycol) pour affiner la taille des globules d'huile dans l'émulsion, ce qui ne permet pas de les utiliser pour des peaux sensibles et à des gélifiants pour stabiliser les systèmes par un apport de consistance.

5

La demande de brevet européen EP-728.460 décrit des nanoémulsions contenant deux types de tensioactifs :

- un tensioactif non ionique sélectionné parmi les esters gras de polyéthylène glycol ou de sorbitol ;
- 10 - un tensioactif ionique, dont le dicétylphosphate de potassium.

Pour obtenir une nanoémulsion transparente, il faut ajouter 5 à 20% en poids d'éthanol (qui est un composé potentiellement pro-irritant), afin d'affiner la granulométrie des globules d'huile.

15

Par ailleurs, la demande de brevet EP-1.016.453 décrit également une nanoémulsion contenant des alcools inférieurs ou des polyols (éthanol, dipropylène glycol, polyéthylène glycol) pour affiner la granulométrie.

- 20 La présente invention a donc pour objet de fournir une nanoémulsion comportant une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse qui soit translucide.

- 25 La présente invention a encore pour objet une nanoémulsion translucide comportant une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse qui ne comprend pas d'alcools inférieurs et/ou de polyols, permettant ainsi son application aux peaux sensibles.

La présente invention a aussi pour objet une nanoémulsion telle que définie ci-dessus ayant la consistance d'un gel ou d'une crème et qui de préférence ne comporte pas d'agents de gélification.

- 5 La présente invention a également pour objet une nanoémulsion telle que définie précédemment qui est stable vis-à-vis du mûrissement, même en l'absence d'alcools inférieurs et/ou de polyols et/ou d'agents de gélification.
- 10 Selon l'invention, on réalise une nanoémulsion comportant une phase huileuse dispersée dans une phase aqueuse ayant des globules d'huile dont la taille moyenne en nombre est inférieure à 100 nm, caractérisée en ce qu'elle contient un système ternaire de tensioactifs comprenant :
- 15 a) un mélange d'au moins deux tensioactifs non ioniques comprenant au moins un ester gras éthoxylé comportant 8 à 100 unités d'oxyde d'éthylène et au moins un ester d'acide gras de sorbitane ; et
- b) au moins un tensioactif ionique choisi parmi les sels alcalins de cétylphosphate et les sels alcalins de palmitoyl sarcosinate.
- 20 Les nanoémulsions selon l'invention ont généralement un aspect translucide à transparent et éventuellement une légère coloration, par exemple une légère coloration rosée ou bleutée. Elles ont généralement une turbidité allant de 60 à 600 NTU, mesurée au turbidimètre portatif HACH - Modèle 2100 P.
- 25 Les globules d'huile des nanoémulsions selon l'invention ont une taille moyenne en nombre, inférieure à 100 nm et de préférence, de 50 à 90 nm. Cette taille de globules peut être mesurée par exemple avec un appareil BROOKHAVEN BI 90 et déterminée selon la méthode connue
- 30 de « Diffusion quasi élastique de la lumière ». La diminution de la taille

des globules permet de favoriser la concentration des actifs dans les couches superficielles de la peau (effet véhicule).

Le système ternaire de tensioactifs utilisable dans la nanoémulsion de l'invention comprend, comme indiqué ci-dessus, un premier constituant essentiel (a) qui est un mélange d'au moins deux tensioactifs non ioniques comprenant au moins un ester gras éthoxylé comportant 8 à 100 unités d'oxyde éthylène et au moins un ester d'acide gras de sorbitane.

10

La chaîne grasse des esters du mélange (a) comportent généralement de 16 à 22 atomes de carbone. La chaîne grasse des esters peut être notamment choisie parmi les motifs stéaryle, béhényle, arachidyle, palmityle, cetylé et leurs mélanges tel que cétéaryle.

15

Le nombre d'unités d'oxyde d'éthylène va de 8 à 100, de préférence de 10 à 80, et mieux de 20 à 60. Selon un mode particulier de réalisation de l'invention, ce nombre est de 40.

20 A titre d'exemple d'ester gras éthoxylé ayant 40 unités d'oxyde d'éthylène, on peut citer l'ester d'acide stéarique comprenant 40 unités d'oxyde d'éthylène, tel que le produit commercialisé sous la dénomination Myrj 52 (stéarate de polyéthylèneglycol 40 OE ; nom CTFA : PEG-40 stéarate) par la société UNIQEMA.

25

A titre d'exemple d'ester d'acide gras de sorbitane, on peut citer le tristéarate de sorbitane.

De préférence, le mélange (a) de tensioactifs non ioniques comprend un ester gras éthoxylé, en particulier le PEG-40 stéarate, et un ester de sorbitane, en particulier le tristéarate de sorbitane.

- 5 En général, le rapport pondéral de l'ester gras éthoxylé 8 à 100 OE à l'ester de sorbitane du mélange (a) varie de 0,02 à 100, de préférence de 0,04 à 80.

- 10 En général, l'ester gras éthoxylé 8 à 100 OE représente 0,01 à 10 % en poids, de préférence de 0,1 à 5 % en poids, et mieux de 0,5 à 3 %, par rapport au poids total de la nanoémulsion.

- 15 L'ester d'acide gras de sorbitane représente généralement 0,1 % à 10 % en poids, et de préférence 0,5 à 5 % en poids, par rapport au poids total de la nanoémulsion.

- 20 Le deuxième constituant essentiel du système ternaire de tensioactifs (b) comprend au moins un tensioactif ionique choisi parmi les sels alcalins de cétylphosphate, les sels alcalins de palmitoyl sarcosinate et leurs mélanges.

Les sels préférés sont le cétylphosphate de potassium, le palmitoyl sarcosinate de sodium et leurs mélanges.

- 25 En général, le rapport du constituant (b) au constituant (a) du système ternaire de tensioactifs varie de 0,02 à 75, de préférence de 0,02 à 10.

- 30 La teneur en tensioactif ionique selon l'invention peut varier de 0,05 à 10 % en poids, et de préférence de 0,2 à 5 % et mieux de 0,5 à 3 % en poids, par rapport au poids total de la nanoémulsion.

La nanoémulsion selon l'invention comporte une phase huileuse. Typiquement, le rapport pondéral du système ternaire de tensioactif à la phase huileuse varie de  $6.10^{-3}$  à 60, de préférence de 0,4 à 19.

5

Généralement, la phase huileuse représente de 0,5 % à 40 % en poids, et de préférence de 5 à 30 % en poids, par rapport au poids total de la nanoémulsion.

- 10 La phase huileuse des nanoémulsions selon l'invention contient au moins une huile qui peut être choisie parmi les huiles d'origine animale ou végétale, les huiles minérales, les huiles de synthèse, les huiles de silicone, les hydrocarbures notamment aliphatiques, et leurs mélanges. Ces huiles peuvent être polaires ou non polaires, volatiles ou non
- 15 volatiles.

Parmi les huiles polaires, on peut citer les huiles hydrocarbonées comportant des fonctions ester, éther, acide, alcool ou leurs mélanges, telles que par exemple :

- 20 - les huiles végétales hydrocarbonées à forte teneur en triglycéride constituées d'ester d'acide gras et de glycérol dont les acides gras peuvent avoir des longueurs de chaînes variées, ces dernières pouvant être linéaires ou ramifiées, saturées ou insaturées ; ces huiles sont notamment les huiles de germe de blé, de maïs, de tournesol, de karité,
- 25 de ricin, d'amandes douces, de macadamia, d'abricot, de soja, de colza, de coton, de luzerne, de pavot, de potimarron, de sésame, de courge, d'avocat, de noisette, de pépin de raisin ou de cassis, d'onagre, de millet, d'orge, de quinoa, d'olive, de seigle, de carthame, de bancoulier, de passiflore, de rosier muscat ou encore les triglycérides des acides
- 30 capryliques / capriques comme ceux vendus par la société



STEARINERIES DUBOIS ou ceux vendus sous une dénomination MIGLYOL 810, 812 et 818 par la société DYNAMIT NOBEL ;

- les huiles de synthèse de formule  $R^1COOR^2$ , dans laquelle  $R^1$  représente le reste d'un acide gras supérieur, linéaire ou ramifié, comportant de 7 à 19 atomes de carbone, et  $R^2$  représente une chaîne hydrocarbonée ramifiée contenant de 3 à 20 atomes de carbone, comme par exemple l'huile de Purcellin (octanoate de cétostéaryle), l'isononoate d'isononyle, les benzoates d'alkyle (en  $C_{12}$  à  $C_{15}$ ) ;
- les esters et les éthers de synthèse comme le myristate d'isopropyle, le palmitate d'éthyl-2-hexyle, les octanoates, les décanoates ou les ricinoléates d'alcools ou de polyalcools ;
- les esters hydroxylés comme le lactate d'isostéaryle, le malate de diisostéaryle, et les esters de pentaérythritol.

Parmi les huiles apolaires, on peut citer :

- les huiles de silicones volatiles ou non, linéaires ou cycliques, liquides à température ambiante, telles que les polydiméthylsiloxanes (PDMS) comportant des groupements alkyle, alcoxy ou phényle, pendants et/ou en bout de chaîne siliconée et ayant de 2 à 24 atomes de carbone ; les silicones phénylées, comme les phényl triméthicones, les phényl diméthicones, les phényl triméthylsiloxyl diphénylsiloxanes, les diphényl diméthicones, les diphényl méthyldiphényl trisiloxanes, les 2-phényléthyl triméthylsiloxysilicates,
- les hydrocarbures ou les hydrocarbures fluorés/ou fluorocarbures, linéaires ou ramifiés d'origine synthétique ou minérale, comme les huiles volatiles, telles que les huiles de paraffine (par exemple les isoparaffines), et les hydrocarbures aliphatiques (par exemple l'isododécane), ou non volatiles et leurs dérivés, la vaseline, les

polydécènes, le polyisobutène hydrogéné tel que l'huile de Parléam, le squalane, et leurs mélanges.

L'huile apolaire préférée est l'huile de Parléam.

- 5 La phase huileuse peut également comporter des corps gras autres que les huiles indiquées ci-dessus, tels que un ou plusieurs alcools gras comme les alcools stéarylique, cétylique, béhénique, les acides gras comme les acides stéarylique, palmitique et béhénique, les cires tels que des mono, di, tri, palmitostéarates de glycéryle, les gommes et leurs  
10 mélanges.

Lorsqu'il est présent, cet autre corps gras, de préférence l'alcool cétylique, peut représenter par exemple jusqu'à 10% en poids, de préférence de 2 à 5% en poids, du poids total de la nanoémulsion.

15

- Bien que les nanoémulsions conformes à la présente invention puissent contenir des additifs pour améliorer la transparence de la formulation, tels que des alcools inférieurs en  $C_1$ - $C_8$  comme l'éthanol, les glycols tels que la glycérine, le propylène glycol, le dipropylène glycol, les  
20 nanoémulsion, selon l'invention, sont de préférence exemptes de ces additifs qui sont généralement pro-irritants.

- Bien que les nanoémulsions, selon l'invention, puissent comporter des agents de gélification, tels que les dérivés de cellulose, les dérivés  
25 d'algues, les gommes naturelles, les polymères synthétiques tels que les mélanges d'acides polycarboxyvinyles, les nanoémulsions selon l'invention sont de préférences exemptes de ce type d'agents de gélification.

Les nanoémulsions, selon l'invention, ont généralement la consistance d'un gel ou d'une crème. La viscosité des nanoémulsions, conformes à l'invention, varie généralement de 1 à 30 poises (= 0,1 à 3 Pa.s), de préférence de 5 à 20 poises (= 0,5 à 2 Pa.s), ces viscosités étant  
5 mesurées à 25°C avec un viscosimètre Rhéomat 180 (mobile 3).

Les nanoémulsions, selon l'invention, peuvent également comporter les additifs classiquement utilisés en cosmétologie, tels que des conservateurs, comme les alkylparabens, des parfums, et des pigments,  
10 en particulier en vue de l'application maquillage, fond de teint, eye-liner, etc.

Les nanoémulsions de l'invention conservent une excellente stabilité après les deux mois de vieillissement accéléré à 4°C, température  
15 ambiante, et 45°C.

Les nanoémulsions définies ci-dessus peuvent être utilisées dans tous domaines où ce type de composition est utile. Elles peuvent constituer notamment des compositions à usage topique, notamment cosmétiques  
20 et dermatologiques. Elles peuvent aussi être utilisées comme supports ophtalmiques. Elles peuvent en outre constituer dans le domaine pharmaceutique une composition administrable par voie orale, parentérale ou transcutanée.

25 Un autre objet de l'invention consiste donc en une composition à usage topique, caractérisée en ce qu'elle contient une nanoémulsion telle que définie précédemment.

L'invention a aussi pour objet un support ophtalmique, caractérisé en ce  
30 qu'elle contient une nanoémulsion telle que définie précédemment.

Les nanoémulsions de l'invention peuvent contenir des actifs hydrosolubles ou liposolubles ayant une activité cosmétique, dermatologique ou ophtalmologique.

5

Les actifs liposolubles sont dans les globules huileux de l'émulsion, tandis que les actifs hydrosolubles sont dans la phase aqueuse de l'émulsion. On peut citer, à titre d'exemples d'actifs, les vitamines, telles que la vitamine E, la vitamine C, la vitamine A, la vitamine PP et leurs  
10 dérivés et, en particulier, leurs esters, les pro-vitamines telles que le panthénol, les humectants et les filtres solaires.

Comme actifs ophtalmiques on peut citer par exemple les agents anti-glaucome tels que le betaxolol ; les antibiotiques tels que l'acyclovir ; les  
15 antiallergiques ; les agents anti-inflammatoires tels que l'ibuprofène et ses sels, le diclofénac et ses sels, l'indométhacine ; les agents antiviraux.

L'invention a aussi pour objet un procédé de préparation d'une nanoémulsion telle que définie ci-dessus, procédé consistant à mélanger  
20 la phase aqueuse et la phase huileuse sous agitation vive, à une température allant de 60 à 95°C, puis à effectuer une homogénéisation à une pression allant, de préférence, de  $6.10^7$  Pa à  $18.10^7$  Pa (homogénéisation haute pression).

25 Le cisaillement va de préférence de  $2.10^8 \text{ s}^{-1}$  à  $5.10^8 \text{ s}^{-1}$  et mieux de  $1.10^8 \text{ s}^{-1}$  à  $35.10^8 \text{ s}^{-1}$ .

La nanoémulsion de l'invention peut être par exemple utilisée pour le soin, le traitement, le maquillage de la peau, du visage et/ou du cuir  
30 chevelu.

L'invention a donc aussi pour objet l'utilisation cosmétique de la nanoémulsion telle que définie ci-dessus pour le soin, le traitement et/ou le maquillage de la peau, du visage et/ou du cuir chevelu.

5

En outre, la nanoémulsion de l'invention peut être aussi utilisée pour le soin et/ou le traitement des cheveux. Elle permet d'obtenir un dépôt d'huile sur les cheveux, ce qui rend ceux-ci plus brillants, plus résistants au coiffage, sans toutefois les alourdir. Elle permet aussi, en pré-

10 traitement, d'améliorer les effets de la coloration ou de la permanente.

L'invention a donc aussi pour objet l'utilisation cosmétique de la nanoémulsion telle que définie ci-dessus pour le soin et/ou le traitement des cheveux.

15

La nanoémulsion, selon l'invention, permet notamment une bonne hydratation de la peau, des muqueuses et/ou du cuir chevelu et est particulièrement adaptée au traitement de la peau sèche.

20 Un autre objet de l'invention est donc un procédé cosmétique de soin et/ou d'hydratation de la peau, des muqueuses et/ou du cuir chevelu, caractérisé en ce qu'on applique sur la peau, les muqueuses et/ou le cuir chevelu, une nanoémulsion telle que définie ci-dessus.

25 L'invention porte enfin sur l'utilisation de la nanoémulsion selon l'invention pour la fabrication d'une composition dermatologique ou ophtalmologique, notamment pour la fabrication d'une composition dermatologique destinée au traitement de la peau sèche.

Les exemples qui suivent, permettront de mieux comprendre l'invention, sans toutefois présenter un caractère limitatif. Dans les exemples, sauf indication contraire, les pourcentages et parties sont exprimés en poids.

- 5 Les nanoémulsions des exemples 1 et 2 ci-dessous ont été obtenues en formant une pré-émulsion grossière au rotor-stator, en ajoutant la phase aqueuse A sur la phase huileuse B, à 80°C. Le prémix était ensuite passé cinq fois dans un homogénéisateur haute pression (Soavi type OBL 20) avec une pression au premier étage de 1100 bars et une  
10 pression au second étage de 120 bars, avec un refroidissement à 70°C en sortie.

#### Exemple 1

<b>A</b>	eau	72.60%
	méthylparaben	0.2%
<b>B</b>	Tri stéarate de sorbitane	0.9%
	Alcool cétylique	4%
	Mono,di,tri palmito stéarate de glycéryle	3.3%
	Stéarate de polyéthylène glycol (40 OE)	2%
	Huile de Parléam	15.95%
	Cétyl phosphate de potassium	0.75%
	propylparaben	0.1%
	Parfum	0.2%

**Exemple 2**

<b>A</b>	eau	72.60%
	méthylparaben	0.2%
<b>B</b>	Tri stéarate de sorbitane	0.9%
	Alcool cétylique	4%
	Mono,di,tri palmito stéarate de glycéryle	3.3%
	Stéarate de polyéthylène glycol (40 OE)	2%
	Huile de Parléam	15.95%
	Palmytoyl sarcosinate de sodium	0.75%
	propylparaben	0.1%
	Parfum	0.2%

5

A titre comparatif on a préparé des émulsions comme décrit ci-dessus en remplaçant les tensioactifs ioniques selon l'invention par des tensioactifs ioniques classiquement utilisés en cosmétique. Les résultats sont donnés dans le tableau I ci-dessous :

**TABLEAU 1**

N° essai	C1	C2	C3	Exemple 1	C4	C5	C6
<b>Cotensio- actif ionique</b>	sans	Sodium Dodecyl benzene sulfona- te	Potassium C <sub>12</sub> -C <sub>18</sub> Alkyl- phosphate	Cetyl phospha -te de potas- sium	Cetyl stearyl sulfate de so- dium (C16C 18 50/50)	Lauryl sulfate de So- dium (C12- 14 70/30)	Alpha Oléfine sulfona- te de Sodium (C14 C16 60/40)
<b>Couleur (NTU )</b>	Blan- che	blanche	blanche	Translu- cide 450 NTU	Blan- che 817 NTU	Blan- che 689 NTU	blanche
<b>Taille des globules détermi- née au Brookha- ven BI 90</b>	174	87	100	50	61	59	67
<b>% grosses particules</b>		8	7	2	7	2	8
<b>apparence rhéologi- que</b>	Emul- sion géli- fiée	liquide	liquide	nano émul- sion	liquide	liquide	liquide



TABLEAU 1 – SUITE

N° essai	C7	Exemple 2	C8	C9	C10	C11	C12	C13	C14
<b>Cotensio-actif ionique</b>	2-Octyl Dodéca nol sulfate	Palmitoyl sarcosina te de ssodium	Mono phospha te (75%) de Lauryl	Mono Alkyl (C12- C13) Phos- phate de potas- sium	2 hexyl déca- nol sulfa- te	Phos- phate de di myris- tyle	Phos- phate de dicetyl	Phos- phate de tri oleyle	Lauroyl sarcosi nate de sodium
<b>Couleur (NTU )</b>	blanche	rose transluci- de 417 NTU	blanche	Blan- che	Blan- che	Blan- che	Blan- che	Blan- che	blanche
<b>Taille des globules déterminée au Brookhaven BI 90</b>	71	59	276	79	87	145	277	143	75
<b>Apparen- ce rhéo- logique</b>	liquide	nano émulsion	Emul- sion compac- te	liquide	liquid e	fluide	Emul- sion com- pacte	Emul- sion gélifiée	liquide

Les résultats du tableau I montrent qu'une nanoémulsion translucide n'est obtenue qu'avec les cotensioactifs ioniques selon l'invention.

5 La transparence des émulsions et nanoémulsions a été mesurée par un coefficient de transmittance à 600 nm allant de 10 à 90 % ou bien par une turbidité allant de 60 à 600 NTU, turbidité mesurée au turbidimètre portatif HACH-modèle 2100 P (mesure à température ambiante  $\approx 25^{\circ}\text{C}$ ).

10 Les nanoémulsions des exemples 1 et 2 selon l'invention avaient la consistance d'un gel et étaient stables même après les deux mois de vieillissement accéléré à  $4^{\circ}\text{C}$ , température ambiante, et  $45^{\circ}\text{C}$ .

15 Ces nanoémulsions ont été testées sur un panel de 10 femmes utilisatrices de crème de jour, d'âge moyen de 36 ans. Toutes ont trouvé que les nanoémulsions s'étaient facilement et pénétraient bien dans la peau, avec une sensation de confort et de fraîcheur se développant immédiatement.

20 Après application, la peau est douce, souple, hydratée. Aucune des femmes n'a signalé un inconfort quelconque.

## REVENDEICATIONS

1. Nanoémulsion comportant une phase huileuse, dispersée dans une phase aqueuse ayant des globules d'huile dont la taille moyenne en  
5 nombre est inférieure à 100 nanomètres, caractérisée en ce qu'elle contient un système ternaire de tensioactifs comprenant :
  - (a) un mélange d'au moins deux tensioactifs non ioniques comprenant au moins un ester gras éthoxylé comportant 8 à 100 unités d'oxyde d'éthylène et au moins un ester d'acide gras de sorbitane ; et
  - 10 (b) au moins un tensioactif ionique choisi parmi les sels alcalins de cétylphosphate et les sels alcalins de palmitoyl sarcosinate.
2. Nanoémulsion selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'ester gras éthoxylé comprend de 10 à 80 unités d'oxyde d'éthylène.  
15
3. Nanoémulsion selon la revendication 1, caractérisée en ce que l'ester gras éthoxylé comprend 40 unités d'oxyde d'éthylène.
4. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications  
20 précédentes, caractérisée en ce que l'ester gras éthoxylé est le stéarate de polyéthylèneglycol 40 OE et l'ester d'acide gras de sorbitane est le tristéarate de sorbitane.
5. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications  
25 précédentes, caractérisée en ce que le tensioactif ionique est choisi parmi le cétyl phosphate de potassium, le palmitoyl sarcosinate de sodium et leurs mélanges.

6. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le rapport pondéral du tensioactif ionique (b) au mélange de tensioactifs non ioniques (a) est tel que :  
 $0,02 \leq b/a \leq 75$ , de préférence  $0,02 \leq b/a \leq 10$ .

5

7. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que le rapport pondéral de l'ester gras éthoxylé à l'ester d'acide gras du sorbitane varie de 0,02 à 100, de préférence de 0,04 à 80.

10

8. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'ester d'acide gras de sorbitane représente 0,1% à 10% en poids, de préférence 0,5 à 5% en poids, du poids total de la nanoémulsion.

15

9. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'ester gras éthoxylé représente de 0,01% à 10% en poids, de préférence 0,1 à 5% en poids, du poids total de la nanoémulsion.

20

10. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la teneur en tensioactif ionique représente de 0,05% à 10%, et de préférence 0,2% à 5% en poids, du poids total de la nanoémulsion.

25

11. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase huileuse représente de 0,5 à 40% en poids, de préférence de 5 à 30% en poids, par rapport au poids total de la nanoémulsion.

12. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la phase huileuse comprend une huile choisie parmi les huiles d'origine animale ou végétale, les huiles minérales, les huiles de synthèse, les huiles de silicone, les hydrocarbures aliphatiques, et leurs mélanges.

13. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que l'huile est un polyisobutène hydrogéné, en particulier l'huile de Parléam.

10

14. Nanoémulsion selon la revendication 13, caractérisée en ce qu'elle comprend, en outre, au moins un autre corps gras choisi parmi les alcools gras, les acides gras, les cires, les gommes et leurs mélanges.

15. Nanoémulsion selon la revendication 14, caractérisée en ce que l'autre corps gras représente de 0 à 10 % en poids, de préférence 2 à 5% en poids, du poids total de la nanoémulsion.

16. Nanoémulsion selon la revendication 13 ou 14, caractérisée en ce que les alcools gras sont choisis parmi les alcools stéarylique, cétyle, béhénique, et les acides gras sont choisis parmi les acides stéarique, palmitique et béhénique.

17. Nanoémulsion selon la revendication 16, caractérisée en ce que l'alcool gras est l'alcool cétyle.

18. Nanoémulsion selon la revendication 14 ou 15, caractérisée en ce que l'autre corps gras est le mono, di, tri palmito stéarate de glycérile.

19. Nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle contient un actif cosmétique, dermatologique ou ophtalmologique.
- 5 20. Composition à usage topique, caractérisée en ce qu'elle contient une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 19.
21. Utilisation cosmétique de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, pour le soin, le traitement et/ou le maquillage  
10 de la peau, du visage et/ou du cuir chevelu.
22. Utilisation cosmétique de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, pour le soin et/ou le traitement des cheveux.
- 15 23. Utilisation de la nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 18, pour la fabrication d'une composition dermatologique ou ophtalmologique.
24. Procédé cosmétique de soin et/ou d'hydratation de la peau, des  
20 muqueuses et/ou du cuir chevelu, caractérisé en ce qu'on applique sur la peau, les muqueuses et/ou le cuir chevelu une nanoémulsion selon l'une quelconque des revendications 1 à 18.
25. Procédé de préparation d'une nanoémulsion selon l'une quelconque  
25 des revendications 1 à 19 consistant à mélanger la phase aqueuse et la phase huileuse, sous agitation vive, à une température allant de 60 à 95°C, puis à effectuer une homogénéisation à une pression allant de  $6.10^7$  Pa à  $18.10^7$  Pa.

26. Procédé selon la revendication 25, caractérisé en ce que le cisaillement va de  $2.10^6 \text{ s}^{-1}$  à  $5.10^8 \text{ s}^{-1}$ .

**THIS PAGE BLANK (USPTO)**